Agilent G1978A Sorgente multimode per G1946/G1956 LC/MSD

Guida alla configurazione

Agilent Technologies

Avvisi

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Nessuna parte di questo manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o mezzo (compresa la memorizzazione su supporti elettronici ed il recupero o la traduzione in lingua straniera) senza la preventiva autorizzazione scritta di Agilent Technologies Inc., conformemente a quanto previsto dalle leggi in vigore negli Stati Uniti e da altre normative internazionali sui diritti d'autore.

Codice del manuale

G1978-94050

Edizione

Prima edizione, dicembre 2008

Stampato negli Stati Uniti d'America

Agilent Technologies
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051 USA

Windows® e MS Windows® sono marchi di Microsoft Corporation registrati negli Stati Uniti.

Windows NT® è un marchio di Microsoft Corporation registrato negli Stati Uniti.

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite allo stato corrente e sono soggette a modifiche senza preavviso nelle edizioni future. Agilent non rilascia alcuna altra garanzia, esplicita o implicita, comprese le garanzie implicite di commerciabilità e idoneità a un uso specifico, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute. Salvo in caso di dolo o colpa grave, Agilent non sarà responsabile di errori o danni diretti o indiretti relativi alla fornitura o all'uso di questo documento o delle informazioni in esso contenute. In caso di separato accordo scritto tra Agilent e l'utente con diverse condizioni di garanzia relativamente al contenuto di questo documento, in conflitto con le condizioni qui riportate, prevarranno le condizioni dell'accordo separato.

Licenze tecnologia

I componenti hardware e o software descritti in questo documento vengono forniti con licenza e possono essere utilizzati o copiati solo in conformità ai termini di tale licenza.

Limitazione dei diritti sul software

Qualora utilizzato in esecuzione di un contratto o subcontratto con un ente statunitense, il software è consegnato in licenza quale "software per uso commerciale" come definito nel DFAR 252.227-7014 (Giugno 1995) o come "prodotto commerciale" in conformità con quanto specificato nel documento FAR 2.101(a) oppure come "software per uso limitato" in conformità a quanto definito nel documento FAR 52.227-19 (Giugno 1987) o in qualsiasi altra norma o clausola di contratto equivalente. L'uso, la duplicazione o la divulgazione del software è soggetta ai termini della licenza commerciale standard di Agilent; enti ed agenzie non-DOD del governo degli Stati Uniti avranno solo dei Diritti Ristretti come difiniti nel FAR 52.227-19(c)(1-2) (Giugno 1987). Gli utenti degli Stati Uniti avranno solo i Diritti Limitati definiti nel FAR 52.227-14 (Giugno 1987) o DFAR 252.227-7015 (b)(2) (Novembre 1995), come per qualsiasi dato tecnico.

Indicazioni di sicurezza

AVVERTENZA

L'indicazione **AVVERTENZA** segnala un rischio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'**AVVERTENZA**, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

ATTENZIONE

L'indicazione ATTENZIONE segnala un rischio serio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare lesioni personali o morte. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'indicazione ATTENZIONE, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

In questa guida

Questa guida spiega come installare, gestire e risolvere i problemi della sorgente ionica multimode.

1 Installazione

Questo capitolo spiega come installare la sorgente ionica multimode.

2 Verifica

Questo capitolo spiega come verificare la sorgente ionica multimode.

3 Metodi

Questo capitolo descrive il funzionamento e la manutenzione base della sorgente ionica multimode.

Sommario

1 Installazione

Installazione 9

Fase 1. Preparazione all'installazione 9
Fase 2. Controllo delle revisioni della scheda dello strumento 10
Fase 3. Spegnimento dello strumento 10
Fase 4. Sostituzione dei chip sulle schede elettroniche (solo CE) 11
Fase 5. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode 16
Fase 6. Aggiornamento del software con la patch G1978-10002 16
Fase 7. Verifica delle schede dello strumento 19
Fase 8. Verifica della sensibilità della sorgente multimode 22

Cambio della sorgente 23

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode 23
Installazione del PCA di controllo HV 30
Connessione dei cavi della sorgente multimode 34
Rimozione di una sorgente multimode 38
Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI 41

2 Verifica

Determinazione della miscela di solventi corretta per la verifica della sensibilità 44
Preparazione dei campioni per la valutazione della sensibilità 45
Verifica del funzionamento delle sorgenti multimode 51
Esecuzione di una procedura di ottimizzazione automatica 56
Esempio di report di verifica multimode 58

3 Metodi

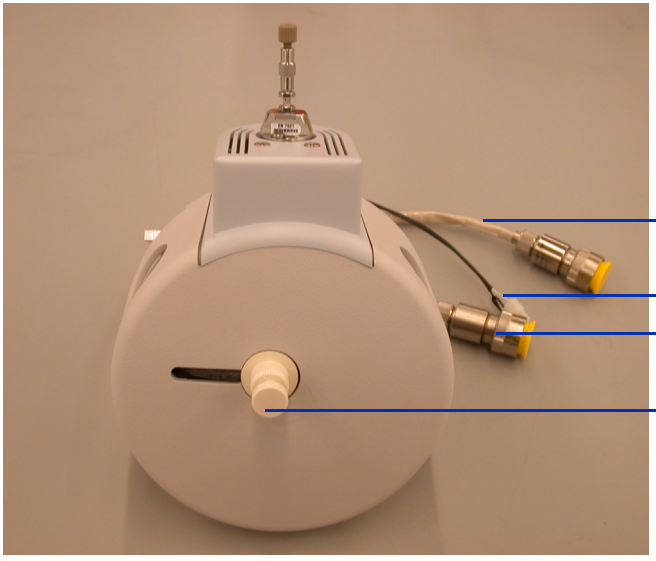
Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode 60
Creazione di un metodo per operazioni in modalità mista positiva/negativa 61
Creazione di un metodo per l'esecuzione alternata delle operazioni ESI e APCI 63

1 Installazione

Installazione 9
Fase 1. Preparazione all'installazione 9
Fase 2. Controllo delle revisioni della scheda dello strumento 10
Fase 3. Spegnimento dello strumento 10
Fase 4. Sostituzione dei chip sulle schede elettroniche (solo CE) 11
Fase 5. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode 16
Fase 6. Aggiornamento del software con la patch G1978-10002 16
Fase 7. Verifica delle schede dello strumento 19
Fase 8. Verifica della sensibilità della sorgente multimode 22
Cambio della sorgente 23
Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode 23
Installazione del PCA di controllo HV 30
Connessione dei cavi della sorgente multimode 34
Rimozione di una sorgente multimode 38
Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI 41

Questo capitolo contiene istruzioni sull'installazione della sorgente multimode G1978A sugli strumenti G1946 e G1956 LC/MSD. (La sorgente G1978B non è supportata sugli strumenti G1946/G1956.)

Le istruzioni di questo manuale sono supportate per LC/MSD ChemStation versioni B.01.01 o B.01.03, con patch di aggiornamento G1978-10002 o successiva. Il CD di installazione della patch contiene le cartelle B.01.01 e B.01.03, ognuna delle quali contiene un file **setup.exe**. Eseguire il file **setup.exe** appropriato in base al numero di versione del prodotto ChemStation installato.


Alta tensione APCI
Cavo HV +/- 2kv
Cavo del vaporizzatore
Ricettacolo corona APCI

Installazione

Questa sezione contiene istruzioni sull'installazione della sorgente multimode G1978A sugli strumenti G1946 e G1956 LC/MSD.

Fase 1. Preparazione all'installazione

Prima di installare la sorgente multimode, verificare di disporre delle parti e degli strumenti necessari.

1 Controllare di disporre delle seguenti parti:

- Sorgente multimode ESI/APCI LC/MSD in bundle (codice G1978A)
- Sorgente multimode ESI/APCI LC/MSD in bundle (codice G1978-65239)
- Gruppo modulo HV multimode (codice G1978-60050)
- MM Enablement Kit ESI/APCI LC/MSD (codice G1978-60150)
- Kit di aggiornamento firmware MM (codice G1978-60156)
- ChemStation B.01.01 o B.01.03 o versione successiva
- Patch (codice G1978-10002). La patch software è inclusa con l'unità G1978A ed è necessaria per le versioni B.01.01 e B.01.03.

NOTA Per installare hardware, firmware, nuovi valori di PID e patch software della sorgente multimode, tutti gli strumenti G1946B/C/D e G1956A/B MSD installati prima del rilascio della sorgente multimode devono disporre di ChemStation B.01.01 o versione successiva.

2 Verificare di disporre dei seguenti strumenti, attrezzi e sostanze chimiche. Gli articoli di questa lista non sono forniti con la sorgente multimode.

- Panni e guanti puliti e privi di peli
- Acqua e sostanze organiche di grado HPLC come acetone, metanolo, acetonitrile o alcool isopropilico
- Chiave esagonale da ¼ di pollice
- Cacciavite Torx T10

Fase 2. Controllo delle revisioni della scheda dello strumento

Il software permette di controllare se le schede degli strumenti sono state aggiornate.

Scheda Analyzer 3

Per verificare la presenza della scheda Analyzer 3, eseguire la seguente procedura.

1 Nella riga di comando della visualizzazione "Method and Run Control" (Metodo e controllo analisi), digitare

- `pat$=nvrAnRev$()`

2 Nella riga di comando digitare

- **`Print pat$`**

Nella riga di messaggio viene visualizzato il codice della parte della scheda Analyzer. Se il codice della parte è ***G1946-60250***, sullo strumento è installata una scheda Analyzer 3. Se il codice mostrato è differente, è necessario eseguire l'aggiornamento alla scheda Analyzer 3.

Power distribution board (PDB, scheda di distribuzione alimentazione)

Tutte le unità G1956A/B e G1946B/C/D sono già dotate della scheda di alimentazione PDB corretta (codice G1946-60002).

Fase 3. Spegnimento dello strumento

- Per informazioni su come spegnere lo strumento, consultare le istruzioni fornite con lo strumento stesso.

NOTA Se non si tratta di un'installazione in bundle, spegnere completamente lo strumento. Ciò comprende gli strumenti G1946B/C/D e G1956A/B pre-multimode. Questi strumenti sono considerati aggiornamenti da utilizzare con la sorgente G1978A.

Fase 4. Sostituzione dei chip sulle schede elettroniche (solo CE)

Per consentire l'identificazione della sorgente, è necessario sostituire il chip U129 del firmware PLCC principale presente sulla scheda Analyzer 3 (nuovo codice G1978-80067). In questa occasione è necessario sostituire anche il chip U6 Programmed ROM MM LON (nuovo codice G1978-80100) e il chip EPROM U18 (nuovo codice G1978-80200) sulla scheda di alimentazione PDB. Queste operazioni devono essere compiute solo durante la prima installazione della sorgente multimode.

Figura 1 Socket con indicazione di corretto inserimento per i chip U6 e U18 sulla scheda di alimentazione PDB (a sinistra) e socket con indicazione di corretto inserimento per il chip U129 sulla scheda Analyzer 3 (a destra). Notare che l'indicazione di corretto inserimento si trova nell'angolo in alto a sinistra della scheda Analyzer e sul lato opposto (in alto a destra) della scheda di distribuzione dell'alimentazione.

AVVERTENZA Verificare che il lato piatto del chip sia allineato con il lato piatto dell'indicazione di corretto inserimento posta sul socket. L'eventuale inserimento errato può danneggiare il chip al momento dell'accensione dell'unità. L'indicazione di corretto inserimento sul socket della scheda di alimentazione PDB è differente da quella sulla scheda Analyzer.

Durante la sostituzione dei chip, non è necessario rimuovere completamente la scheda di distribuzione dell'alimentazione dallo strumento. Tuttavia, ciò impedisce la caduta del chip o dello strumento usato all'interno dello strumento.

AVVERTENZA Le operazioni che seguono devono essere eseguite solo da personale CE addestrato da Agilent. L'errata esecuzione di questa procedura può causare il danneggiamento del chip al momento dell'accensione dello strumento.

1 Verificare che lo strumento sia spento. Per informazioni, fare riferimento alla guida per l'utente dello strumento.

2 Rimuovere la scheda PCA Analyzer 3 dal gruppo vasca.

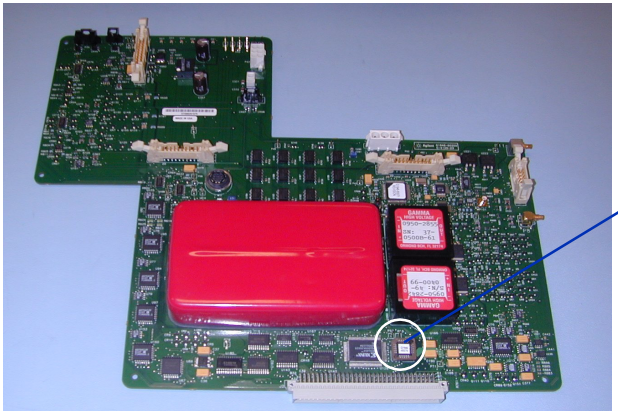


Figura 2 Scheda PCA Analyzer 3 (codice G1946-65250)

3 Per rimuovere il chip, usare lo strumento fornito con l'aggiornamento.

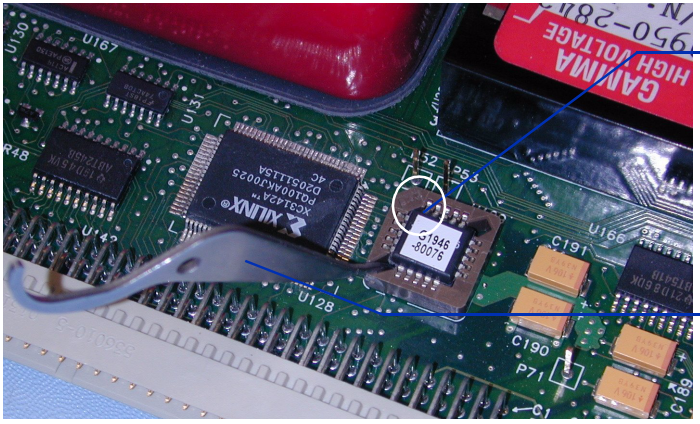


Figura 3 Strumento di rimozione dei chip e scheda PCA Analyzer 3 (codice G1946-65250) allineati nell'angolo in alto a sinistra.

AVVERTENZA Durante la rimozione del chip con l'apposito strumento, è necessario prestare la massima attenzione. Se forzato in modo eccessivo, lo strumento può essere inserito troppo a fondo e danneggiare il socket.

4 Sostituire il chip PLD sulla scheda PCA Analyzer 3 con quello fornito con la sorgente multimode.

5 Con la scheda Analyzer ancora smontata, installare il cavo ad alta tensione ACPI 10 MΩ. Vedere la Figura 4

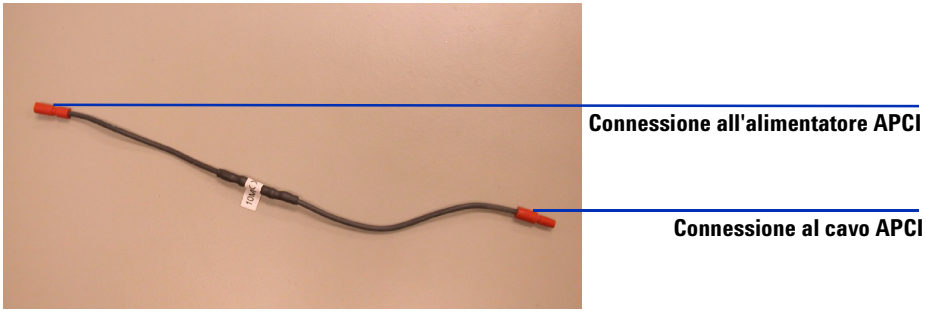


Figura 4 Cavo ad alta tensione ACPI 10 MΩ (codice G1978-60806). Nelle fasi che seguono, assicurarsi di collegare le estremità corrette all'alimentatore APCI e al cavo APCI.

6 Scollegare il cavo ad alta tensione APCI dall'alimentatore APCI. Vedere la Figura 5

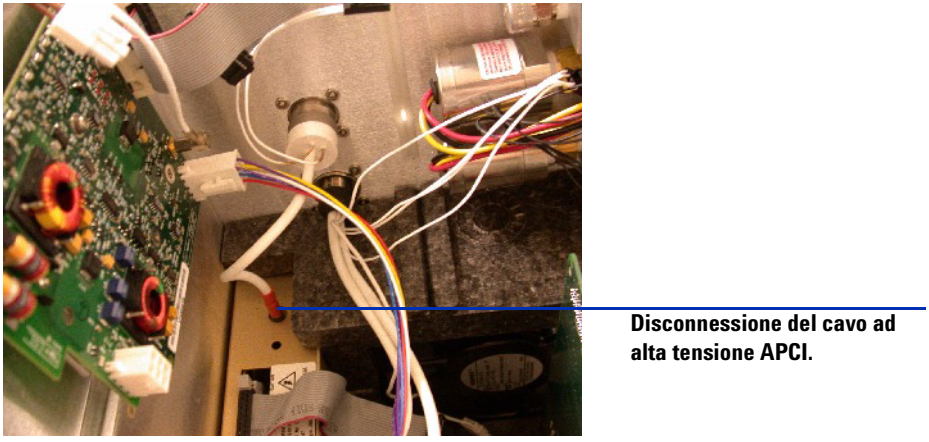


Figura 5 Disconnessione del cavo ad alta tensione APCI.

7 Installare il cavo 10 MΩ in serie con il cavo ad alta tensione APCI e ricollegarli all'alimentatore APCI. Vedere la Figura 6

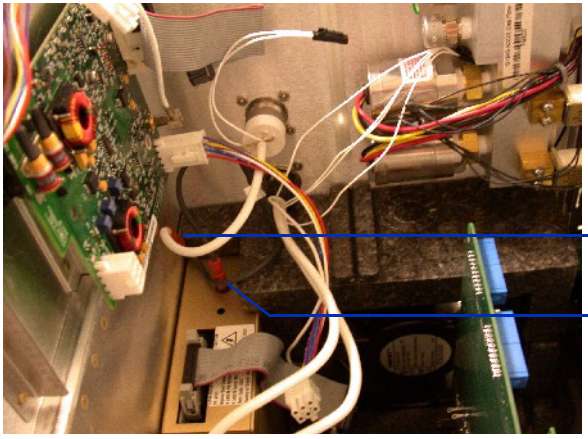


Figura 6 Cavo ad alta tensione 10 MΩ collegato al cavo ad alta tensione APIC e all'alimentatore APCI.

8 Durante la sostituzione del chip, rimuovere la scheda di alimentazione PDB dallo strumento per impedire la caduta del chip o dell'attrezzo all'interno dello strumento.

NOTA I due chip possono essere sostituiti sulla scheda di alimentazione PDB senza rimuoverla dallo strumento, ma si raccomanda la massima attenzione nel non far cadere attrezzo o chip all'interno dello strumento.

9 Usare lo strumento di rimozione dei chip per rimuovere i chip U6 e U18 dalla scheda di alimentazione PDB. Vedere le figure da Figura 7 a Figura 9.

AVVERTENZA Verificare che il lato piatto del chip sia allineato con il lato piatto dell'indicazione di corretto inserimento posta sul socket. L'eventuale inserimento errato può danneggiare il chip al momento dell'accensione dell'unità.

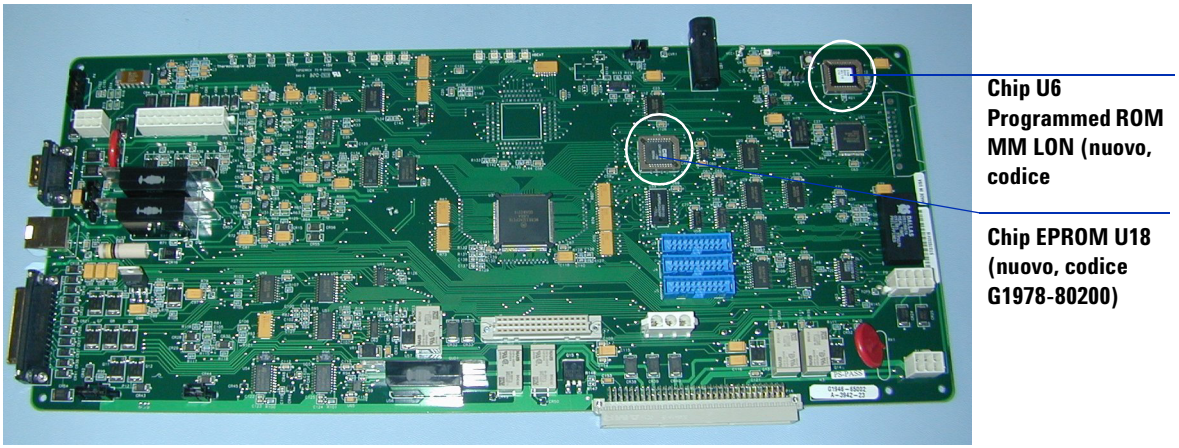


Figura 7 Due chip devono essere sostituiti sulla scheda di alimentazione PDB (codice G1946-65002).

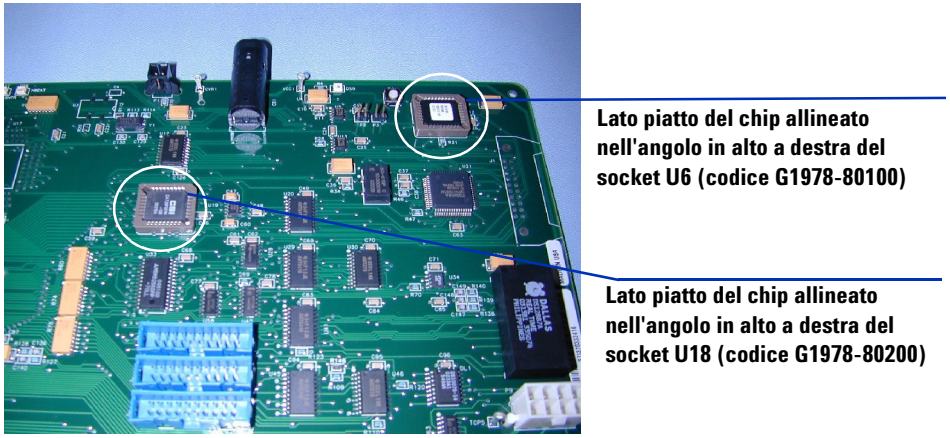


Figura 8 Due chip da sostituire sulla scheda di alimentazione PDB (codice G1946-65002), allineati nell'angolo in alto a destra del socket.

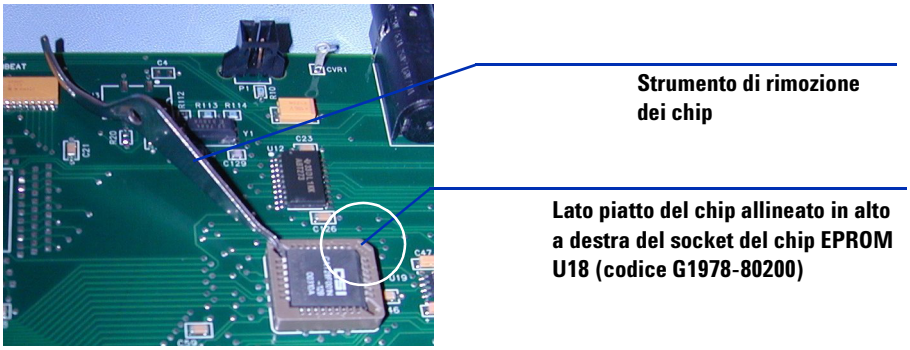


Figura 9 Lato piatto del chip allineato in alto a destra del socket

10 Sostituire i due chip sulla scheda di alimentazione PDB.

Per verificare che i chip siano stati sostituiti su entrambe le schede, eseguire le operazioni illustrate in "Fase 7. Verifica delle schede dello strumento" a pagina 19.

Fase 5. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

- Eseguire le operazioni illustrate in "Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode" a pagina 23.

Fase 6. Aggiornamento del software con la patch G1978-10002

Questa patch deve essere installata solo se si esegue ChemStation B.01.01 o B.01.03. Se si utilizza ChemStation B.03.1 o versione successiva, ignorare questa procedura.

1. Inserire il disco di aggiornamento G1978-10002 nell'unità CD.
2. Aprire la cartella **B.01.01** o **B.01.03** (a seconda della versione di ChemStation impiegata) e fare clic su **setup.exe**.

   I file sostituiti da questa patch vengono archiviati in un backup, in modo che sia possibile disinstallare l'aggiornamento software.

3 Fare clic su **Next** (Avanti) nella schermata di benvenuto.

4 Fare clic su **Yes** (Sì) per accettare l'accordo di licenza software.

5 Fare clic su **Next** (Avanti) nella schermata Leggimi.

6 Fare clic su **Next** (Avanti) nella finestra di dialogo Start Copying Files (Inizia copia file) che permette di rivedere le scelte di configurazione effettuate.

NOTA Dal momento che è in corso l'installazione di una patch sul software ChemStation esistente, non è possibile scegliere il percorso di installazione.

7 Fare clic su **Yes** (Sì) per aggiornare il firmware MS.

ATTENZIONE **Non interrompere il processo di aggiornamento. Durante questo processo, non avviare il software MS ChemStation o interrompere l'alimentazione dello strumento, poiché ciò potrebbe causare danni allo strumento.**

8 Immettere l'indirizzo IP dello strumento e digitare `yes`. Vedere la Figura 10

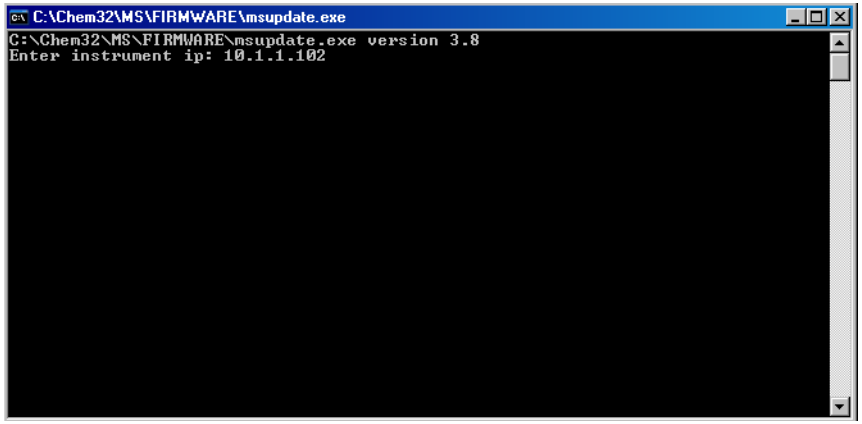


Figura 10 Programma MSUpdate

9 Alla richiesta di conferma di procedere all'aggiornamento dell'hardware, digitare `Y`. Vedere la Figura 11

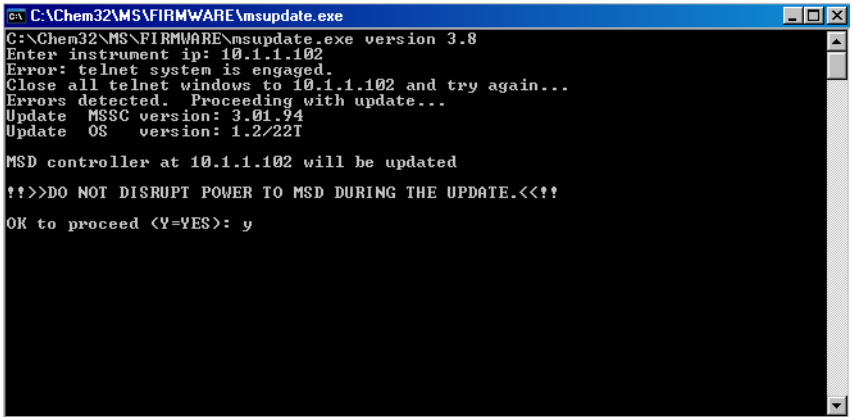
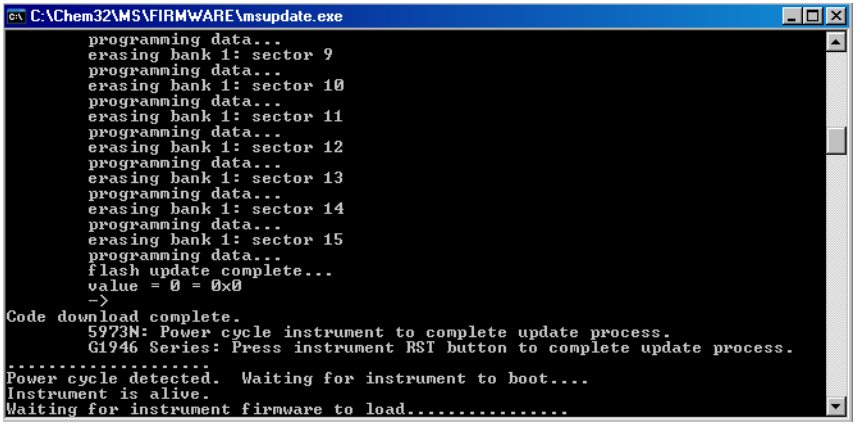


Figura 11 Aggiornamento del firmware MSD

10 Alla richiesta, premere il tasto RST sullo strumento per completare il processo di aggiornamento.

11 Nella finestra di comando appaiono altri due messaggi.



ATTENZIONE **Non interrompere il processo di aggiornamento. Durante questo processo, non avviare il software MS ChemStation o interrompere l'alimentazione dello strumento, Dopo la scomparsa della finestra di MSUpdate, è possibile avviare il programma ChemStation.**

Una volta chiusasi la finestra di comando, lo strumento è stato aggiornato.

Fase 7. Verifica delle schede dello strumento

Convalida della modifica dei valori di PID.

1 Avviare ChemStation. Il valore **pid2.mac** modifica automaticamente i valori di PID all'avvio di ChemStation.

2 Nella riga di comando della visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi), digitare:

- `MSZONEPID 7`

Le seguenti informazioni appaiono sulla riga di messaggio:

P = 2500

I = 1

D = 0

I_D = 1

Convalida delle modifiche ai chip sulle schede Analyzer 3 e di alimentazione PDB

Le seguenti operazioni permettono di convalidare l'aggiornamento dei chip presenti sulle schede Analyzer 3 (codice G1946-65250) e di alimentazione PDB (codice G1946-65002) in modo da supportare la sorgente multimode. Se sono stati caricati i dischi di aggiornamento multimode di ChemStation versione B.01.01 o B01.03 con G1978-10002, la macro **mstnnvr.mac** viene aggiornata e restituisce ulteriori informazioni.

1 Dalla riga di comando della visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi), digitare

```
mmcheck = MMBoardUpdate()
```

2 Digitare il comando che segue alla riga di comando, quindi premere **Invio**.

```
Print mmcheck
```

Se la variabile ***mmcheck*** contiene il valore 0, ciò indica che entrambe le schede sono state aggiornate.

Se la variabile ***mmcheck*** contiene il valore 1, una delle schede non è stata aggiornata.

Se la variabile ***mmcheck*** contiene il valore 2, nessuna delle due schede è stata aggiornata.

3 Convalida di tutte le versioni dei chip di firmware:

- Digitare `readnvr` e premere **Invio**.
- Digitare `shownvr` o `printnvr`, quindi premere **Invio**.

  Il report MSDNVRAM.TXT che segue indica che è stato caricato il firmware corretto. Controllare le voci in grassetto qui di seguito per verificare che i numero di versione siano corretti:

```
G1946 LC/MSD Instrument Configuration
    9:46:07 AM    14/7/2005
    ------------------------------------------------------------------------------
    Instrument Name                 : Instrument 1
    Serial Number                   : MS1202
    Product Number                  : product1                      Exp in G1946
    Mfg Date                        : 04/01/96                      Exp <> 04/01/96
    Quad Serial Number              : quad56                        Exp <> quad56
    MS Inject Valve Present         : 1
    ------------------------------------------------------------------------------
    ChemStation Rev                 : Rev. B.01.01 [164] or B.01.03 [203]
    SmartCard Rev                   : 3.02.01
    Analyzer Board FW Rev           : G1946-60250MM
    PDB HW Rev                      : PPHA.01.00
    PDB FW Rev                      : PRS2.03.00                    Exp = PRS2.02.00
    PDB 68332 FW Rev                : 1.63                          Exp = 1,58
    SICB-LON HW Rev                 : PRH1.00.01
    SICB-LON FW Rev                 : PRS1.01.01
    IO Board FW Rev                 : 6.2; 6.3
    Turbo Pump Ctrl HW Rev          : TURB1.0.00
    Turbo Pump Ctrl FW Rev          : PRSW1.1.02
    Convect. Gauge HW Rev           : 011411-102
    Convect. Gauge FW Rev           : PP11520109
    Ion Gauge HW Rev                : 0115-27103
    Ion Gauge FW Rev                : PR11616115
    Log Amp ID                      : LOG01,CAL
    ------------------------------------------------------------------------------
    Quad Frequency                  : 1001200.0010
    Pos Ion Quad Polarity           : 0
    Neg Ion Quad Polarity           : 1
    ------------------------------------------------------------------------------
    Stdby Quad Temp                 : 100
    Stdby Drying Gas Temp           : 300
    Stdby Drying Gas Flow           : 3.000
    Stdby Nebulizer Press           : 20.0
    Stdby Vaporizer Temp            : 325
    ------------------------------------------------------------------------------
    Quad Temp PIDs                  : P=3000;I=0;D=0;ID=1
    Drying Gas Temp PIDs            : P=165;I=2;D=1024;ID=1
```

```
Vaporizer Temp PIDs              : P=2500;I=1;D=0;ID=1        Exp = P=512;I=2;D=0;ID=1
Drying Gas Flow PIDs             : P=10;I=1;D=10;ID=1         Exp = P=10;I=1;D=1;ID=1
Nebulizer Pres PIDs              : P=10;I=1;D=10;ID=1
-------------------------------------------------------------------------------
Quad Temp Timeout                : 88.8
Drying Gas Temp Timeout          : 12.3
Vaporizer Temp Timeout           : 1.6                          Exp = 4.4
Drying Gas Flow Timeout          : 13.7
Nebulizer Pres Timeout           : 13.7
-------------------------------------------------------------------------------
CDS Leak Sensor Calibration      : 0                            Exp <> 0
CDS On Purge Time                : 30
CDS Off Purge Time 1             : 75
CDS Off Purge Time 2             : 60
CDS On Delay                     : 30
-------------------------------------------------------------------------------
Mass Axis Lag D Coeff 0          : -0.0274494
Mass Axis Lag D Coeff 1          : 0.000127939
Mass Axis Lag D Coeff 2          : 2.65427e-09
-------------------------------------------------------------------------------
Std EMV                          :-------------------------------------------------
EMV Gain Coeff 0                 : 8.202345
EMV Gain Coeff 1                 : -59.097311
EMV Gain Coeff 2                 : 0
-------------------------------------------------------------------------------
Default Analog Out               : 0
Default Fraction Collection Relay : 0
Default Aux Relay                : 0
-------------------------------------------------------------------------------
Polarity Switching Delay         : 200
Signal Switching Delay           : 0
-------------------------------------------------------------------------------
EMF limit: Calibrant A hrs       : 0
EMF limit: Calibrant B hrs       : 0
EMF limit: Pump Oil hrs          : 0
EMF limit: Gas Conditioner hrs   : 0
EMF limit: Ion Optics hrs        : 0
EMF limit: SSV Cycles            : 0
EMF limit: EM Current            : 0
-------------------------------------------------------------------------------
Last Backup Date                 : 5/5/2005 3:38:05 PM
Last Restore Date                :
NVR Macro Revision               : 1.14
```

Fase 8. Verifica della sensibilità della sorgente multimode

Prima di usare il sistema, è necessario verificarne la sensibilità.

1. Avviare il software ChemStation.
2. Eseguire le operazioni illustrate in "Esecuzione di una procedura di ottimizzazione automatica" a pagina 56.
3. Eseguire il bake-out dello strumento. Per informazioni, consultare la *Guida alla manutenzione* della sorgente multimode.
4. Eseguire le operazioni illustrate in "Preparazione dei campioni per la valutazione della sensibilità" a pagina 45.

NOTA Questi metodi di verifica devono essere impiegati anche per la verifica della sensibilità per gli strumenti forniti in bundle e spediti con una sola sorgente multimode.

5. Eseguire le operazioni illustrate in "Verifica del funzionamento delle sorgenti multimode" a pagina 51.

Cambio della sorgente

Questa sezione illustra le attività che è necessario compiere per cambiare la sorgente dello strumento.

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

AVVERTENZA Durante l'installazione della sorgente su questo strumento per la prima volta, eseguire le operazioni indicate in "Installazione" a pagina 7.

1. Passare alla visualizzazione **MSD Tune** (Ottimizzazione MSD).
2. Selezionare **Instrument > Set Spray Chamber** (Strumento > Imposta camera di nebulizzazione) e impostare i flussi e le temperature del gas su 0.
   - Gas di essiccamento (L/min)
   - Pressione del nebulizzatore (psig)
   - Temperatura gas di essiccamento (°C)
   - Temperatura vaporizzatore (solo sorgente APCI)
   - Lampada spenta (solo sorgente APPI)
3. Attendere che la sorgente si raffreddi almeno fino a quando le temperature scendono sotto i 100 °C.
4. Scollegare il tubo del gas del nebulizzatore dalla sorgente ionica attualmente installata.
5. Scollegare il tubo in entrata dei campioni LC/MSD.
6. Se sono installate le sorgenti APCI o APPI, rimuovere il cavo del riscaldatore del vaporizzatore APCI e il cavo dell'alta tensione APCI.
7. Se è installata la sorgente APPI, rimuovere il cavo RS-232 dalla porta seriale B.
8. Rimuovere la sorgente ionica attualmente installata.

9 Svitare e rimuovere lo schermo di nebulizzazione. Vedere la Figura 12

ATTENZIONE **Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.**

ATTENZIONE **Non inserire dita o strumenti attraverso le aperture presenti sulla camera multimode. Durante l'uso, capillari e relativo tappo sono sottoposti a tensioni che possono arrivare fino 4 kV.**

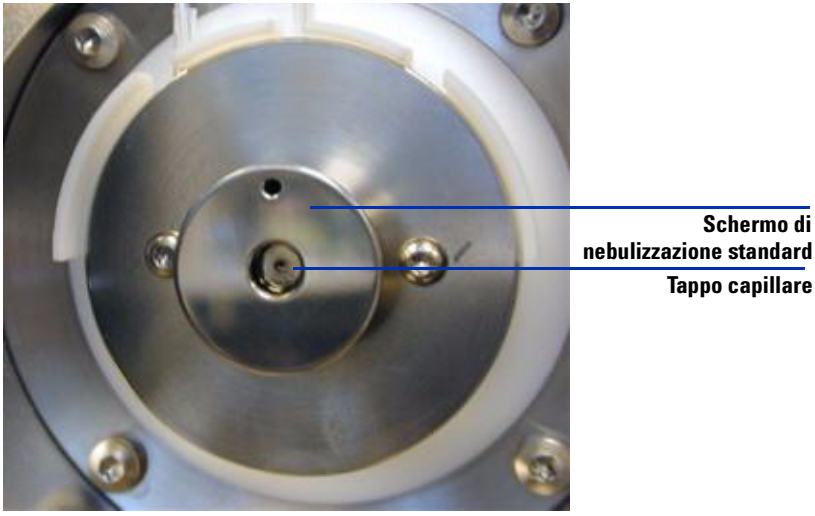


Figura 12 Schermo di nebulizzazione standard e tappo capillare per ESI o APCI

10 Rimuovere il tappo capillare. Se necessario, inumidire un panno pulito con alcool isopropilico e pulire il tappo capillare. Vedere la Figura 13

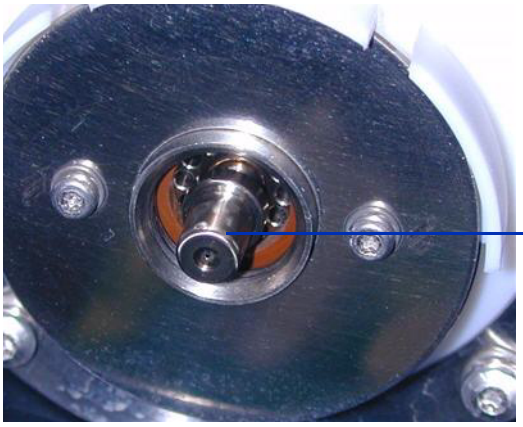


Figura 13 Schermo di nebulizzazione rimosso.

11 Riposizionare il tappo capillare sul capillare.

12 Installare il nuovo schermo di nebulizzazione con gli elettrodi modificatori del campo. Vedere la Figura 14

Figura 14 Schermo di nebulizzazione multimode

13 Avvitare lo schermo di nebulizzazione multimode sull'apposito supporto. Vedere la Figura 15

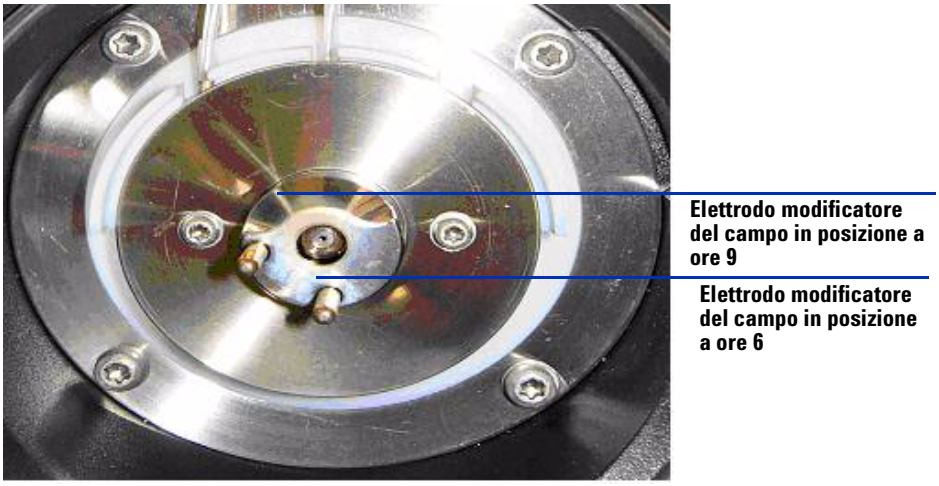


Figura 15 Schermo di nebulizzazione multimode installato

NOTA Gli elettrodi modificatori del campo dovrebbero trovarsi nelle posizioni a ore 6 e a ore 9. Allentare le viti della placca terminale su entrambi i lati per regolare la posizione degli elettrodi modificatori del campo.

14 Rimuovere il coperchio di spedizione dalla camera di nebulizzazione della sorgente multimode.

Figura 16 Camera di nebulizzazione multimode con coperchio di spedizione

15 Installare la camera di nebulizzazione sull'apposito supporto.

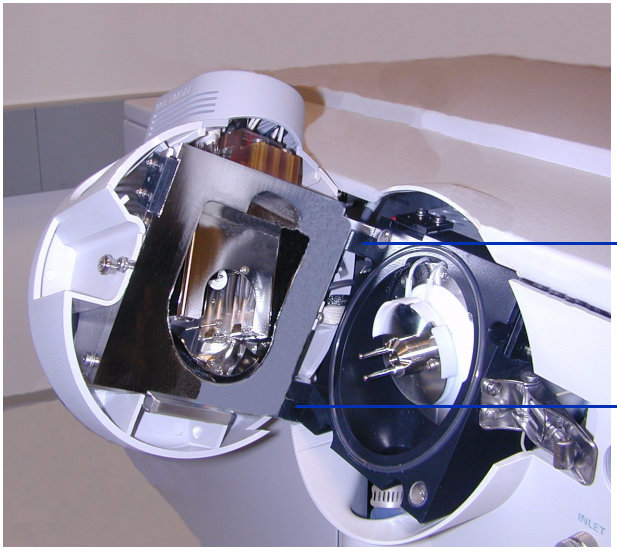


Figura 17 Sorgente multimode installata sul sostegno della camera di nebulizzazione

16 Installare il nebulizzatore sulla camera di nebulizzazione della sorgente multimode.

Figura 18 Sorgente multimode senza nebulizzatore

17 Collegare il tubo del gas del nebulizzatore da 1/8 di pollice dalla struttura principale LC/MSD al raccordo del gas del nebulizzatore. Vedere la Figura 19

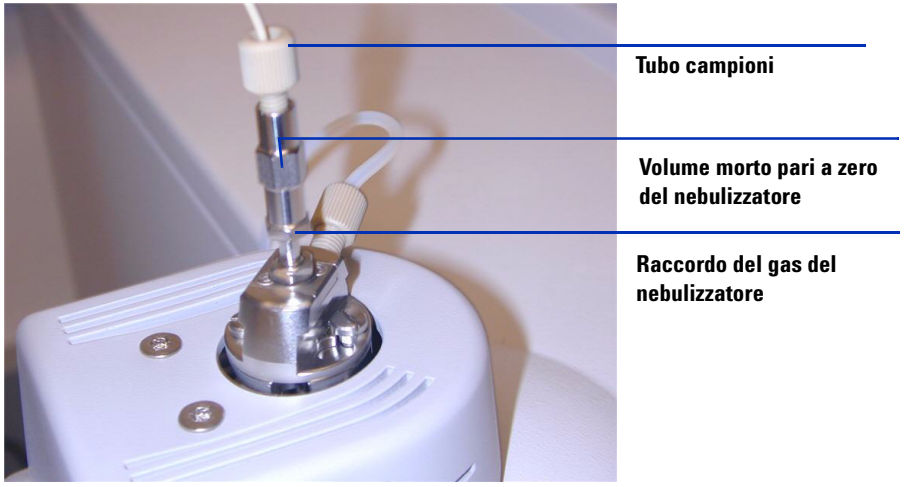


Figura 19 Nebulizzatore con tubo del gas collegato

18 Collegare il tubo dei campioni LC/MSD al filtro di ingresso della valvola deviatrice LC/MSD. Vedere la Figura 20 a pagina 29

ATTENZIONE **La valvola deviatrice del cromatografo liquido LC/MSD Agilent serie 1100 è parte integrante del sistema di sicurezza G1978A. Il flusso della fase mobile LC deve essere sempre collegato al filtro di ingresso della valvola deviatrice. Non bypassare mai la valvola deviatrice con una connessione diretta al nebulizzatore. Qualora la valvola deviatrice venga utilizzata diversamente da come specificato da Agilent Technologies, le protezioni fornite dalla valvola deviatrice possono subire danni.**

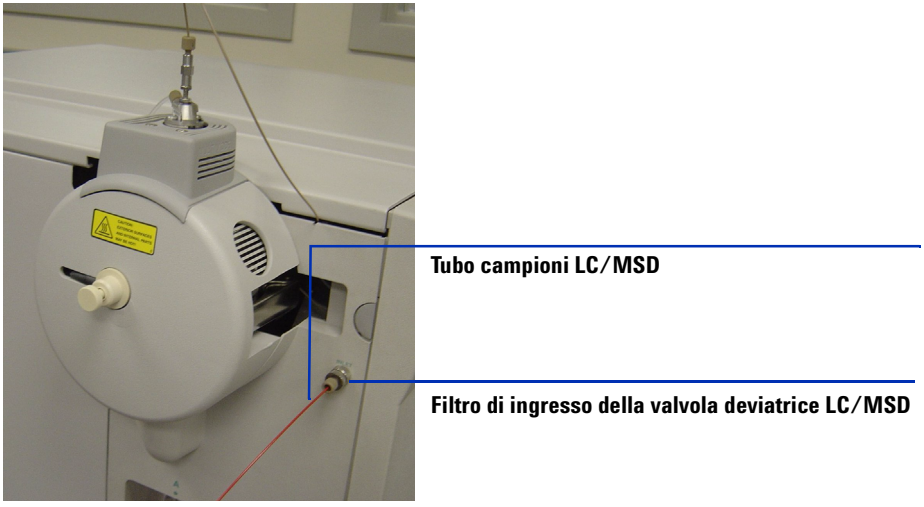


Figura 20 Tubo campioni LC/MSD collegato al filtro in ingresso LC/MSD

19 Durante la prima installazione della sorgente, eseguire le operazioni indicate in "Installazione del PCA di controllo HV" a pagina 30.

20 Eseguire le operazioni illustrate in "Connessione dei cavi della sorgente multimode" a pagina 34.

21 In caso di prima installazione della sorgente, tornare alla sezione "Fase 6. Aggiornamento del software con la patch G1978-10002" a pagina 16.

Installazione del PCA di controllo HV

1 Rimuovere il coperchio HV e dell'alimentatore PCA di controllo della sorgente. Vedere la Figura 21

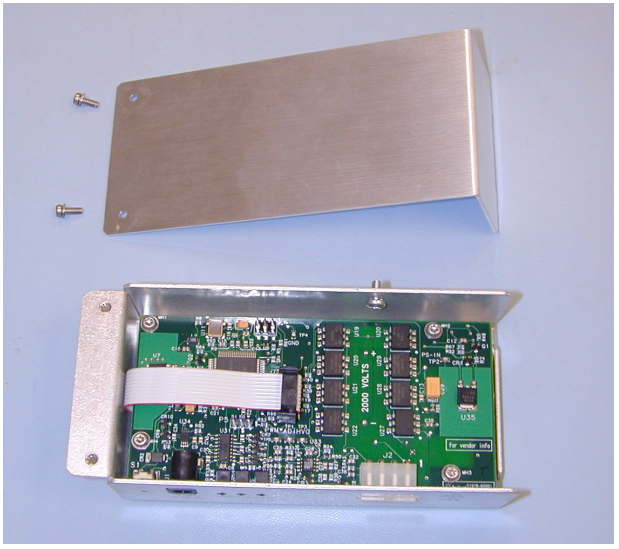


Figura 21 Coperchio HV e dell'alimentatore PCA di controllo della sorgente rimosso

2 Collegare il cavo RS-232 al connettore RS-232 della sezione HV e dell'alimentatore PCA di controllo. Vedere la Figura 22

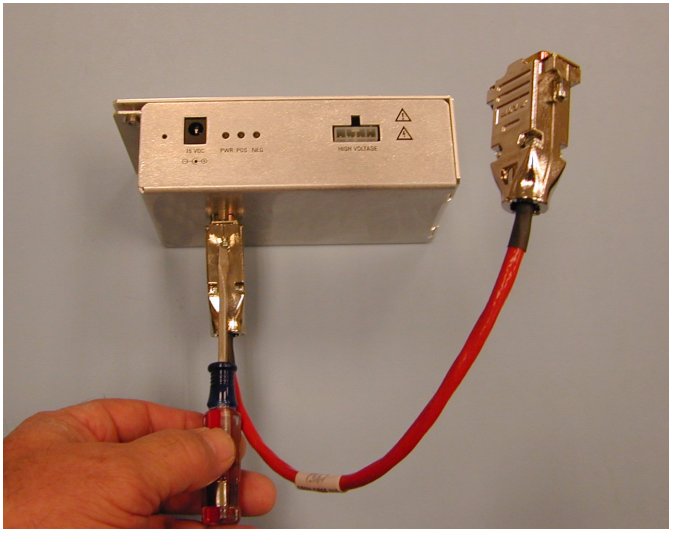


Figura 22 Collegamento del cavo RS-232

3 Rimuovere i coperchi anteriore, superiore e di sicurezza con magnete e i pannelli laterali di accesso.

4 Rimuovere la fascetta fermacavo in plastica dal cavo di riscaldamento di desolvatazione. Per informazioni vedere Figura 23.

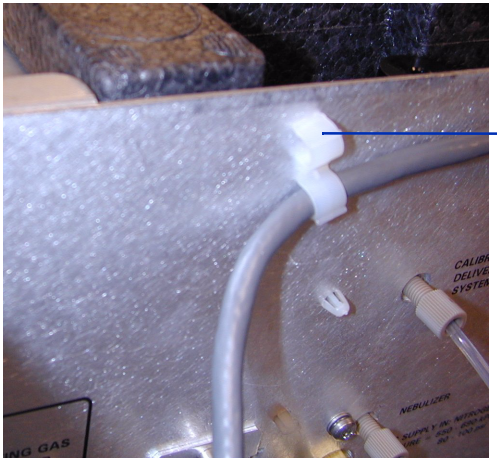


Figura 23 Rimozione della fascetta fermacavo

5 Riposizionare il cavo sotto il tubo del gas del sistema di trasporto della soluzione calibrante. Vedere la Figura 24

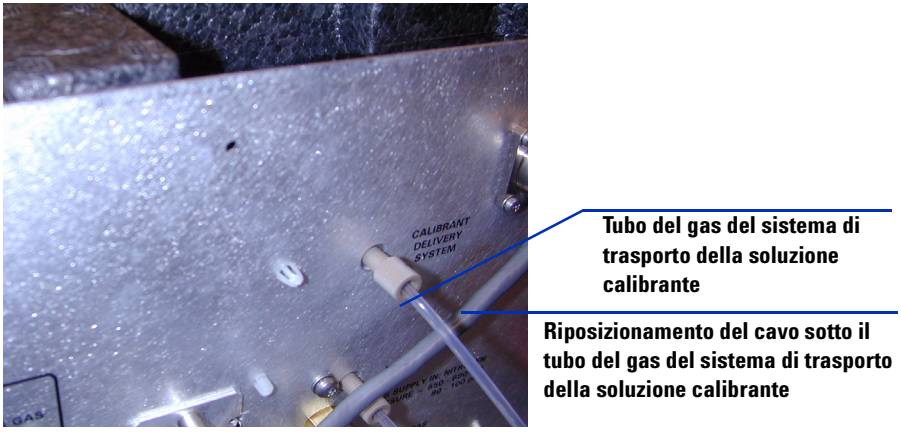


Figura 24 Tubo del gas del sistema di trasporto della soluzione calibrante

6 Montaggio del cavo HV e dell'alimentatore PCA di controllo sulla vasca con le viti autofilettanti fornite. Vedere la Figura 25

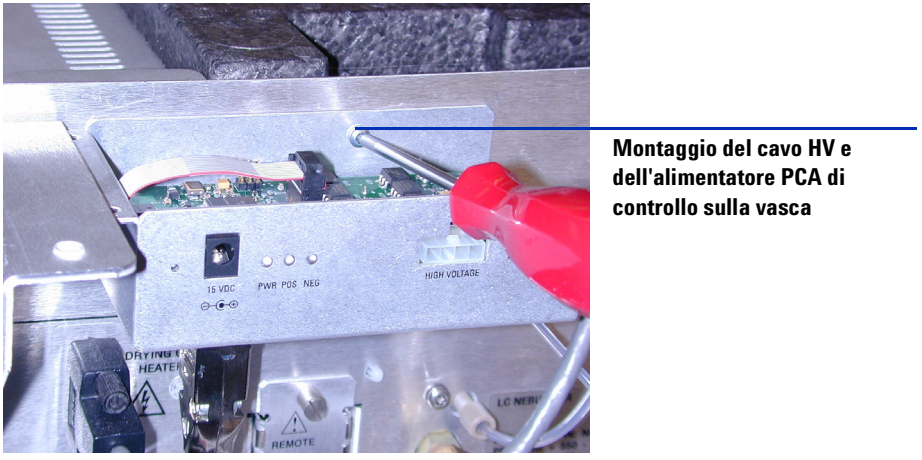


Figura 25 Montaggio del cavo HV e dell'alimentatore PCA di controllo

7 Fissare il coperchio superiore della sezione HV e dell'alimentatore PCA di controllo alle staffe di supporto mediante con le viti fornite. Vedere la Figura 26

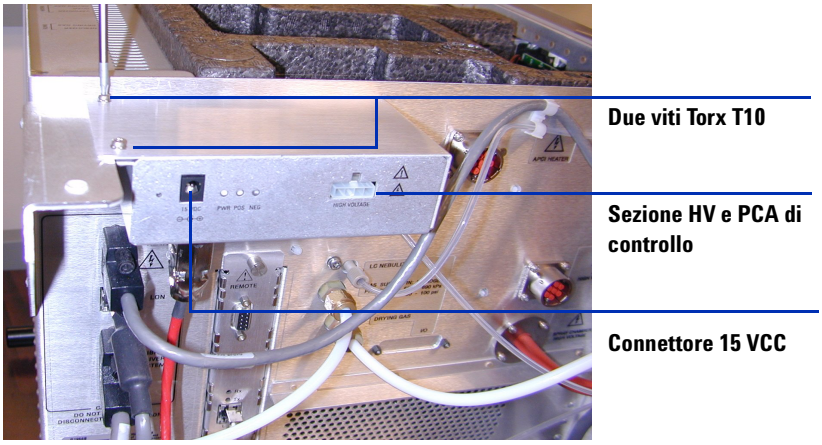


Figura 26 Fissaggio alle staffe di sostegno

8 In caso di installazione della sezione HV e del controllo PCA nell'ambito di una conversione alla sorgente multimode, tornare alla sezione **"Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode"** a pagina 23.

Connessione dei cavi della sorgente multimode

1 Collegare il cavo RS-232 al connettore seriale B dell'interfaccia Smart Card 3 situata sul lato sinistro del telaio dello strumento. Vedere la Figura 27

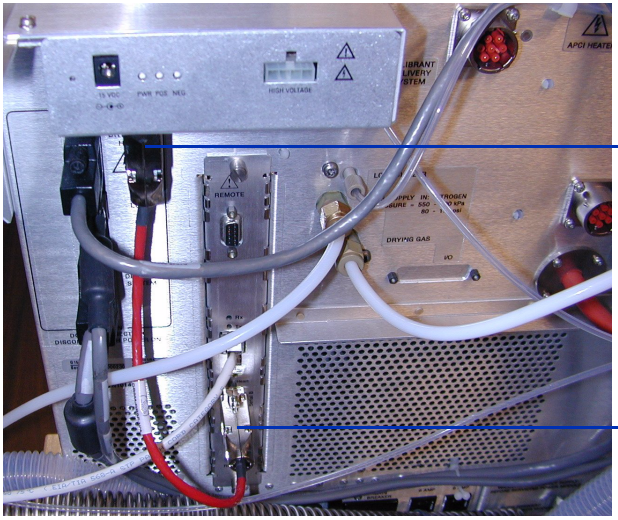


Figura 27 Collegamenti del cavo RS-232

2 Collegare l'alimentatore 15 VCC alla sezione HV e alla PCA di controllo. Vedere la Figura 28

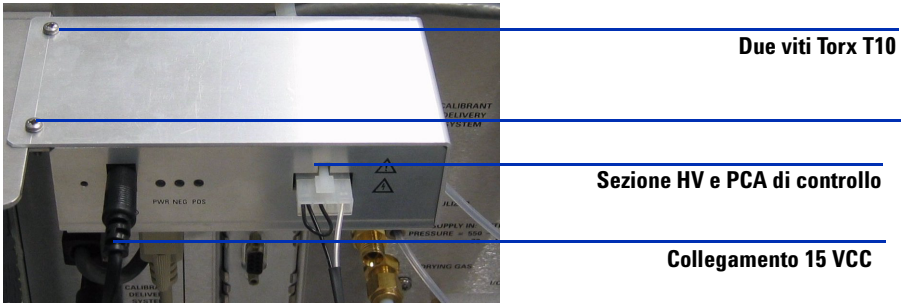


Figura 28 Sezione HV e PCA di controllo

3 Collegare l'altra estremità dell'alimentatore 15 VCC a una presa di corrente 220 VCA tramite il cavo di alimentazione fornito con l'alimentatore 15 VCC. Vedere la Figura 29

Figura 29 Cavo di alimentazione e alimentatore 15 VCC

4 Utilizzare una fascetta fermacavo per fissare il cavo dell'alimentazione a +15 V che esce dall'alimentatore (codice 0950-4581) al cavo RS-232 del gruppo HV multimode (codice G1978-60050.) Vedere la Figura 30

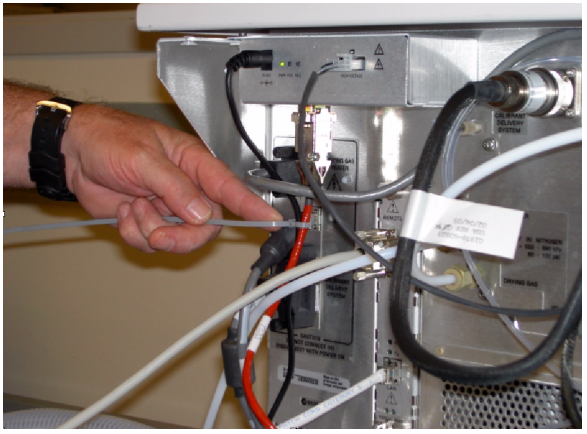


Figura 30 Fascetta fermacavo che fissa il cavo di alimentazione al cavo RS-232.

5 Collegare il riscaldatore del vaporizzatore, l'alta tensione APCI e i cavi HV e del PCA di controllo. I connettori del riscaldatore APCI, dell'alta tensione

APCI e di HV e PCA di controllo sono situati sul lato sinistro del telaio dello strumento. Vedere la Figura 31

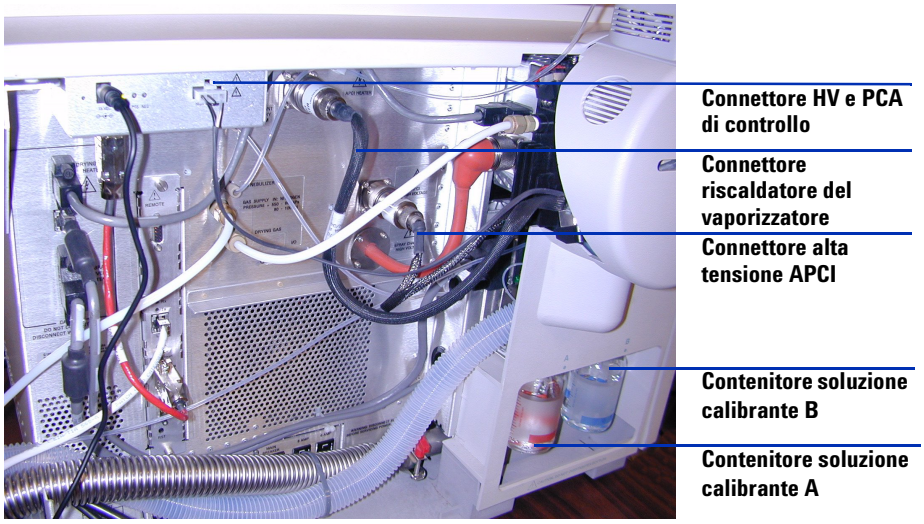


Figura 31 Collegamenti dei cavi della sorgente multimode

6 Verificare che il contenitore A della sorgente multimode del sistema di trasporto della soluzione calibrante (CDS) contenga una quantità sufficiente di soluzione calibrante APCI/APPI (100 mL) (G2432A). Vedere la Figura 31

7 Verificare che il contenitore B della sorgente multimode del sistema di trasporto della soluzione calibrante (CDS) contenga una quantità sufficiente di soluzione calibrante ES (100 mL) (G2421A). Vedere la Figura 31

8 Chiudere lo sportello di servizio e verificare che tutti i coperchi siano al loro posto. Vedere la Figura 32

9 Tornare alla sezione "Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode" a pagina 23.

Figura 32 Sorgente multimode con coperchi installati

Rimozione di una sorgente multimode

Per rimuovere una sorgente multimode, eseguire le seguenti operazioni:

1 Le temperature della sorgente per i riscaldatori del vaporizzatore e del gas di essiccamento devono essere impostate sui valori minimi in modo da raffreddare la sorgente. Selezionare le voci di menu **Tune > Instrument > Edit Spray Chamber** (Ottimizzazione > Strumento > Modifica camera di nebulizzazione) per visualizzare la finestra di dialogo Edit Spray Chamber (Modifica camera di nebulizzazione). Impostare i flussi dei gas di essiccamento e del nebulizzatore e le temperature dei gas di essiccamento e del vaporizzatore ai rispettivi valori minimi.

ATTENZIONE **Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.**

ATTENZIONE **Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore.**

ATTENZIONE **Non inserire dita o strumenti attraverso le aperture presenti sulla camera multimode. Durante l'uso, capillari e relativo tappo sono sottoposti a tensioni che possono arrivare fino 4 kV.**

2 Attendere circa 20 minuti che la sorgente sia fredda.

3 Aprire lo sportello di servizio sul lato sinistro del MSD per accedere ai cavi. Vedere la Figura 33

Apertura dello sportello di servizio per accedere ai cavi.

Figura 33 Strumento con la sorgente multimode installata

4 Scollegare il cavo dell'elettrodo di carica ad alto voltaggio ESI. Vedere la Figura 34

5 Scollegare il cavo del riscaldatore APCI (vaporizzatore) e il cavo ad alta tensione APCI. Vedere la Figura 34

6 Staccare il collegamento 15 VCC con il modulo dell'elettronica multimode. Vedere la Figura 34

NOTA In caso di mancata disconnessione dell'alimentazione del modulo dell'elettronica multimode, la nuova sorgente sarà identificata come sconosciuta.

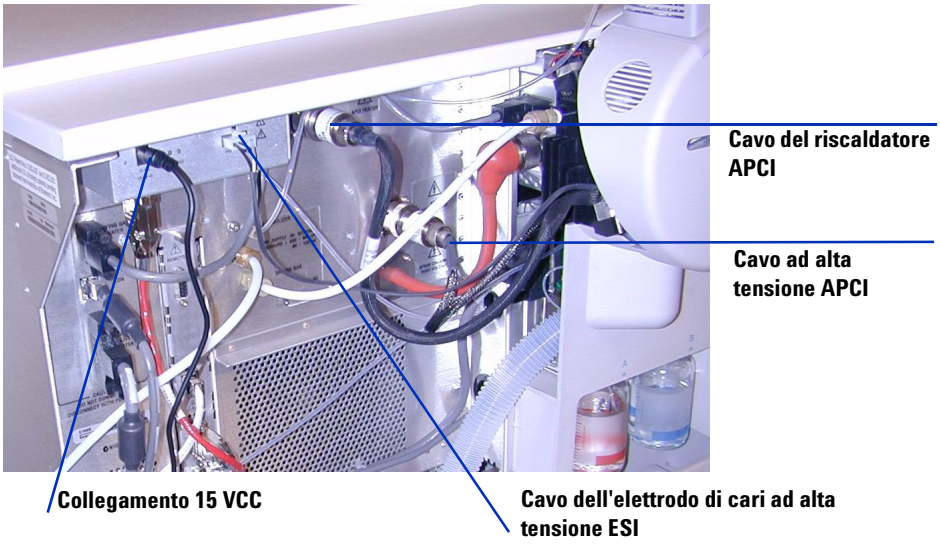


Figura 34 Strumento con sportello di servizio aperto

7 Svitare la tubazione del gas del nebulizzatore.

8 Svitare la tubazione dei campioni LC dal nebulizzatore.

9 Aprire il blocco sulla sorgente e aprirla.

10 Rimuovere la sorgente multimode dal supporto della camera di nebulizzazione.

11 Posizionare il coperchio di spedizione sulla sorgente.

12 Durante la conversione da una sorgente multimode, proseguire dalla sezione "Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI" a pagina 41.

13 Durante le operazioni di pulitura di una sorgente multimode, passare alla sezione "Pulizia settimanale della sorgente multimode" nella *Guida alla manutenzione*.

Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI

ATTENZIONE **Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.**

ATTENZIONE **Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore.**

1. Eseguire le operazioni illustrate in “Rimozione di una sorgente multimode” a pagina 38.
2. Se la sorgente da installare è del tipo APPI, scollegare il cavo seriale RS-232 PCA ad alta tensione multimode dal connettore della porta seriale B dell'unità Smart Card.
3. Svitare e rimuovere lo schermo di nebulizzazione multimode con gli elettrodi modificatori del campo.
4. Installare la nuova sorgente e lo schermo di nebulizzazione standard, assicurandosi che il foro nello schermo di nebulizzazione si trovi in posizione a ore 12.
5. Per sorgenti ioniche APCI e APPI, collegare il cavo del riscaldatore del vaporizzatore e il cavo ad alta tensione APCI. Per la sorgente APPI, collegare il cavo RS-232 al connettore della porta seriale B dell'unità Smart Card.
6. Per tutte le sorgenti, ricollegare il tubo del gas del nebulizzatore e il tubo dei campioni LC/MSD.

2
Verifica

Determinazione della miscela di solventi corretta per la verifica della sensibilità 44
Preparazione dei campioni per la valutazione della sensibilità 45
Verifica del funzionamento delle sorgenti multimode 51
Esecuzione di una procedura di ottimizzazione automatica 56
Esempio di report di verifica multimode 58

Questo capitolo illustra le attività necessarie per la verifica della sorgente multimode e la convalida del suo corretto funzionamento.

Determinazione della miscela di solventi corretta per la verifica della sensibilità

Sono fornite diluizioni dei solventi per tutti gli strumenti supportati con la sorgente multimode. La verifica della sensibilità con la reserpina deve essere eseguita solamente sugli strumenti G1956A e G1956B forniti in bundle con una sorgente multimode.

Utilizzare le seguenti informazioni per determinare la miscela di solventi corretta per i vari modelli di strumento.

G1956A o G1946C LC/MSD VL

Può essere usato uno qualunque dei seguenti solventi organici: metanolo, isopropanolo o acetonitrile.

- Soluzione organica al 50:50 di solvente/acqua

G1956B o G1946B/D LC/MSD SL

- Soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio.

  Per preparare le soluzione con 5mM di formiato di ammonio, aggiungere 0,315 g di formato di ammonio a 1 litro di soluzione al 75:25 di metanolo/acqua a fase mobile. Utilizzare formiato di ammonio con grado di purezza 97% o superiore.

Modelli VL e SL di LC/MSD

- Per verificare la presenza di ioni positivi è possibile aggiungere fino allo 0,2% di acido acetico o allo 0,1% di acido formico. Solitamente questa operazione non è necessaria, ma può essere utile per evitare la soppressione degli ioni causata da contaminanti di fondo presenti nella fase mobile.
- Utilizzare solventi di grado HPLC o superiore. I solventi accettabili per la maggior parte delle applicazioni LC possono contenere elevati livelli di fondo rilevabili da parte delle più sensibili unità LC/MSD. Verificare che i solventi LC utilizzati con le unità LC/MSD siano classificate adatte per analisi di tipo HPLC e per pesticidi, ambientali o GC/MS. Utilizzare i solventi di maggiore purezza disponibili. L'accettabilità dei solventi deve essere stabilita in modo empirico.

Preparazione dei campioni per la valutazione della sensibilità

NOTA Questo metodo di verifica può essere impiegato solamente su strumenti forniti in bundle con una sorgente multimode.

Prima di iniziare, verificare di disporre dei seguenti articoli:

- Pipetta graduata da 1 mL, codice 9301-1423
- Contenitore di volume 50 mL (due unità), codice 9301-1424
- Contenitore di volume 100 mL, codice 9301-1344
- Campione di valutazione prestazioni ioni positivi, codice G2423A (per entrambe le interfacce)
- Bottiglie di plastica per la conservazione delle diluizioni, codice 9301-1433

Gli strumenti forniti in bundle sono dotati degli articoli elencati in precedenza.

I campioni per la valutazione della sensibilità forniti devono essere diluiti alle concentrazioni richieste per la verifica del sistema LC/MSD. Per ulteriori informazioni, consultare la sezione "Determinazione della miscela di solventi corretta per la verifica della sensibilità".

NOTA I campioni diluiti devono essere utilizzati entro un giorno dalla loro preparazione. Refrigerare le diluizioni intermedie (prime) nelle bottiglie fornite.

Suggerimenti

- Lavare attentamente le pipette graduate e i contenitori con acqua deionizzata prima, durante e dopo l'uso.
- Per preparare i campioni di valutazione della sensibilità utilizzare attrezzi di laboratorio in polipropilene, poiché i contenitori di vetro introducono livelli inaccettabili di sodio. Prima di riempirli con i campioni per la verifica della sensibilità, lavare sempre i vial e i tappi per il campionatore automatico con la miscela di solvente utilizzata per la diluizione dei campioni stessi. Ciò riduce i contaminanti di fondo introdotti da vial e tappi. Qualora risulti che i setti sono fonte di contaminazione di fondo, i vial possono essere analizzati senza tappo.

Tavola 1 Riepilogo prestazioni per unità G1956A VL, modalità SIM

	Modalità SIM positiva MM-APCI	**Modalità SIM positiva MM-APCI**
Campione	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL
Concentrazione dopo la diluizione	2 pg/µL	2 pg/µL
Volume di iniezione	5 µL	5 µL
Quantità totale del campione iniettato	10 pg	10 pg
Numero d'ordine del campione	G2423A	G2423A
Solvente	50:50 organico/acqua	50:50 organico/acqua
Nome del metodo	56VLSMES_MM.M	56VLSMCI_MM.M
Specifiche per la sensibilità	20: 1 picco-picco 100: 1 rms	10: 1 picco-picco 50: 1 rms

Tavola 2 Riepilogo sensibilità per unità G1956B SL, modalità SIM

	Modalità SIM positiva MM-APCI	**Modalità SIM positiva MM-APCI**
Campione	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL
Concentrazione dopo la diluizione	1 pg/µL	1 pg/µL
Volume di iniezione	1 µL	1 µL
Quantità totale del campione iniettato	1 pg	1 pg
Numero d'ordine del campione	G2423A	G2423A
Solvente	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio
Nome del metodo	56SLSMES_MM.M	56SLSMCI_MM.M

Tavola 2 Riepilogo sensibilità per unità G1956B SL, modalità SIM

	Modalità SIM positiva MM-APCI	**Modalità SIM positiva MM-APCI**
Specifiche per la sensibilità	20: 1 picco-picco 100: 1 rms	10: 1 picco-picco 50: 1 rms

Tavola 3 Riepilogo sensibilità per unità G1956B SL, modalità SCAN

	Modalità SIM Modalità SCAN	**Modalità SIM Modalità SCAN**
Campione	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL
Concentrazione dopo la diluizione	10 pg/µL	10 pg/µL
Volume di iniezione	5 µL	5 µL
Quantità totale del campione iniettato	50 pg	50 pg
Numero d'ordine del campione	G2423A	G2423A
Solvente	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio
Nome del metodo	56SLSCES_MM.M	56SLSCCI_MM.M
Specifiche per la sensibilità	20: 1 picco-picco 100: 1 rms	10: 1 picco-picco 50: 1 rms

Tavola 4 Riepilogo sensibilità per unità G1946C, modalità SIM

	Modalità SIM positiva MM-APCI	**Modalità SIM positiva MM-APCI**
Campione	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL
Concentrazione dopo la diluizione	2 pg/µL	2 pg/µL

Tavola 4 Riepilogo sensibilità per unità G1946C, modalità SIM

	Modalità SIM positiva MM-APCI	**Modalità SIM positiva MM-APCI**
Volume di iniezione	5 µL	5 µL
Quantità totale del campione iniettato	10 pg	10 pg
Numero d'ordine del campione	G2423A	G2423A
Solvente	50:50 organico/acqua	50:50 organico/acqua
Nome del metodo	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Specifiche per la sensibilità	10: 1 picco-picco 50: 1 rms	5: 1 picco-picco 25: 1 rms

Tavola 5 Riepilogo sensibilità per unità G1946D SL, modalità SIM e SCAN

	Modalità SIM Valutazione modalità SIM	**Valutazione modalità SIM positiva MM-APCI**	**Modalità SCAN positiva MM-ES**	**Modalità SCAN positiva MM-APCI**
Campione	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL
Concentrazione dopo la diluizione	1 pg/µL	1 pg/µL	10 pg/µL	10 pg/µL
Volume di iniezione	1 µL	1 µL	5 µL	5 µL
Quantità totale del campione iniettato	1 pg	1 pg	50 pg	50 pg
Numero d'ordine del campione	G2423A	G2423A	G2423A	G2423A
Solvente	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio	75:25 metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio

Tavola 5 Riepilogo sensibilità per unità G1946D SL, modalità SIM e SCAN

	Modalità SIM Valutazione modalità SIM	Valutazione modalità SIM positiva MM-APCI	Modalità SCAN positiva MM-ES	Modalità SCAN positiva MM-APCI
Nome del metodo	SLSIMES_MM.M	SLSIMCI_MM.M	SLSCNES_MM.M	SLSCNCI_MM.M
Specifiche per la sensibilità	10: 1 picco-picco 50: 1 rms	5: 1 picco-picco 25: 1 rms	10: 1 picco-picco 50: 1 rms	5: 1 picco-picco 25: 1 rms

Tavola 6 Riepilogo sensibilità per unità G1946B, modalità SIM

	Modalità SIM positiva MM-APCI	Modalità SIM positiva MM-APCI
Campione	Reserpina, 5 ng/µL	Reserpina, 5 ng/µL
Concentrazione dopo la diluizione	2 pg/µL	2 pg/µL
Volume di iniezione	5 µL	5 µL
Quantità totale del campione iniettato	10 pg	10 pg
Numero d'ordine del campione	G2423A	G2423A
Solvente	50:50 organico/acqua	50:50 organico/acqua
Nome del metodo	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Specifiche per la sensibilità	10: 1 picco-picco 50: 1 rms	5: 1 picco-picco 25: 1 rms

Sorgente multimode G1946B/C, diluizioni modalità SIM positiva

1. Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/µL (Agilent G2423A) in un contenitore da 50 mL di volume. Per l'operazione, utilizzare una pipetta graduata pulita.
2. Diluire fino al segno dei 50 mL con soluzione organica al 50:50 di solvente/acqua.
3. Trasferire 1 mL della prima diluizione in un secondo contenitore da 50 mL di volume. Per l'operazione, utilizzare una pipetta graduata pulita.

4 Diluire fino al segno dei 50 mL con soluzione organica al 50:50 di solvente/acqua. Questa operazione consente di disporre della concentrazione finale di reserpina al 2 pg/µL necessaria per la valutazione.

5 Trasferire circa 1 mL della seconda diluizione in un vial da usare nel campionatore automatico LC.

Sorgente multimode G1956B or G1946D SL, diluizioni modalità SIM positiva

1 Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/µL (Agilent G2423A) in un contenitore da 50 mL di volume. Per l'operazione, utilizzare una pipetta graduata pulita.

2 Diluire fino al segno dei 50 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio.

3 Trasferire 1 mL della prima diluizione in un contenitore da 100 mL di volume. Per l'operazione, utilizzare una pipetta graduata pulita.

4 Diluire fino al segno dei 100 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio. Questa operazione consente di disporre della concentrazione finale di reserpina all'1 pg/µL necessaria per la valutazione.

5 Trasferire circa 1 mL della seconda diluizione in un vial per campionatore automatico.

Sorgente multimode G1956B or G1946D SL, diluizioni modalità SCAN positiva

1 Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/µL (Agilent G2423A) in un contenitore da 50 mL di volume. Per l'operazione, utilizzare una pipetta graduata pulita.

2 Diluire fino al segno dei 50 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio.

3 Trasferire 5 mL della prima diluizione in un contenitore da 50 mL di volume. Per l'operazione, utilizzare una pipetta graduata pulita.

4 Diluire fino al segno dei 50 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio. Questa operazione consente di disporre della concentrazione finale di reserpina al 10 pg/µL necessaria per la valutazione.

5 Trasferire circa 1 mL della seconda diluizione in un vial per campionatore automatico.

Verifica del funzionamento delle sorgenti multimode

I metodi illustrati di seguito consentono di verificare la sensibilità del sistema LC/MSD per la sorgente multimode acquistata con il sistema stesso. I metodi di verifica della sensibilità richiedono la disponibilità di un'unità Agilent 1100 LC con campionatore automatico.

NOTA Verificare di avere immesso i parametri di ottimizzazione personalizzati. In caso contrario, l'ottimizzazione dell'unità LC/MSD può risultare impossibile.

- Interfaccia sorgente multimode G1956A, SIM positiva
- Interfaccia sorgente multimode G1956B, SCAN positiva
- Interfaccia sorgente multimode G1956B, SIM positiva
- Interfaccia G1956B LC/MSD SL modello G1978A con funzionamento in modalità mista
- Interfaccia di unità FIA multiple modello G1978A con funzionamento in modalità mista

Metodi di caricamento per interfaccia sorgente multimode G1956A, SIM positiva

1. Caricare il metodo **56VLSMES_MM.M** per l'unità G1956A.
2. Modificare il metodo verificando che sia selezionato un solvente organico LC al 50:50 di solvente/acqua. Tutti gli altri parametri LC sono uguali a quelli del metodo **56VLSMES_MM.M**.
3. Eseguire una procedura di ottimizzazione automatica con calibratura della sorgente multimode APCI.

NOTA Al termine della procedura, prima di proseguire può essere necessario attendere fino a 30 minuti per consentire l'eliminazione della soluzione calibrante dallo strumento Quad. Ciò riduce al minimo eventuali segnali di fondo causati dalla soluzione calibrante.

NOTA Può essere necessario ottimizzare ulteriormente la pressione del nebulizzatore al fine di ottenere la massima sensibilità dallo strumento.

4. Posizionare i vial nel campionatore automatico LC.

- Posizione n. 1: vial vuoto senza tappo
- Posizione n. 2: vial con solvente utilizzato per la diluizione (solvente in bianco)
- Posizione n. 3: vial con campione di reserpina (2 pg/µL)

5 Avviare il metodo.

Il metodo esegue un'analisi FIA con un'iniezione del vial vuoto, cinque iniezioni di solvente in bianco e cinque iniezioni del campione di reserpina.

6 Esaminare i risultati.

Al termine del metodo, il sistema stampa un report che mostra il rapporto segnale-rumore per i cinque picchi in bianco e i cinque picchi campione, oltre a una media dei picchi campione con sottrazione dei valori in bianco. Questa operazione consente di verificare il funzionamento della sorgente multimode. I cinque picchi campione sono visibili sull'EIC.

Metodo di caricamento per interfaccia sorgente multimode G1956A, SCAN positiva

1 Caricare il metodo **56SLSCES_MM.M** per l'unità G1956B.

2 Modificare il metodo verificando che venga usata la soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio. Tutti gli altri parametri LC sono uguali a quelli del metodo **56SLSCES_MM.M**.

3 Eseguire una procedura di ottimizzazione automatica.

NOTA Al termine della procedura, prima di proseguire può essere necessario attendere fino a 30 minuti per consentire l'eliminazione della soluzione calibrante dallo strumento Quad. Ciò riduce al minimo eventuali segnali di fondo causati dalla soluzione calibrante.

NOTA Può essere necessario ottimizzare ulteriormente la pressione del nebulizzatore al fine di ottenere la massima sensibilità dallo strumento.

4 Posizionare i vial nel campionatore automatico LC.

- Posizione n. 1: vial vuoto senza tappo
- Posizione n. 2: vial con solvente utilizzato per la diluizione (solvente in bianco)
- Posizione n. 3: vial con campione di reserpina (10 pg/µL)

5 Avviare il metodo.

Il metodo esegue un'analisi FIA con un'iniezione del vial vuoto, cinque iniezioni di solvente in bianco e cinque iniezioni del campione di reserpina.

6 Esaminare i risultati.

Al termine del metodo, il sistema stampa un report che mostra il rapporto segnale-rumore per i cinque picchi in bianco e i cinque picchi campione, oltre a una media dei picchi campione con sottrazione dei valori in bianco. Questa operazione consente di verificare il funzionamento della sorgente multimode. I cinque picchi campione sono visibili sull'EIC.

Metodi di caricamento per interfaccia sorgente multimode G1956B, SIM positiva

1 Caricare il metodo **56SLSM_MM.M** per l'unità G1956B.

2 Modificare il metodo verificando che la soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio sia selezionata come solvente LC.

Tutti gli altri parametri LC sono uguali a quelli del metodo **56SLSMES_MM.M**.

3 Eseguire una procedura di ottimizzazione automatica.

NOTA Al termine della procedura, prima di proseguire può essere necessario attendere fino a 30 minuti per consentire l'eliminazione della soluzione calibrante dallo strumento Quad. Ciò riduce al minimo eventuali segnali di fondo causati dalla soluzione calibrante.

NOTA Può essere necessario ottimizzare ulteriormente la pressione del nebulizzatore al fine di ottenere la massima sensibilità dallo strumento.

4 Posizionare i vial nel campionatore automatico LC.

- Posizione n. 1: vial vuoto senza tappo
- Posizione n. 2: vial con solvente utilizzato per la diluizione (solvente in bianco)
- Posizione n. 3: vial con campione di reserpina (1 pg/µL)

5 Avviare il metodo.

Il metodo esegue un'analisi FIA con un'iniezione del vial vuoto, cinque iniezioni di solvente in bianco e cinque iniezioni del campione di reserpina.

6 Esaminare i risultati.

Al termine del metodo, il sistema stampa un report che mostra il rapporto segnale-rumore per i cinque picchi in bianco e i cinque picchi campione, oltre a una media dei picchi campione con sottrazione dei valori in bianco. Questa operazione consente di verificare il funzionamento della sorgente multimode. I cinque picchi campione sono visibili sull'EIC.

Caricamento del metodo per unità FIA multiple per interfaccia G1978A con funzionamento in modalità mista

1 Se necessario, eseguire una procedura di ottimizzazione automatica.

NOTA Al termine della procedura, prima di proseguire può essere necessario attendere fino a 30 minuti per consentire l'eliminazione della soluzione calibrante dallo strumento Quad. Ciò riduce al minimo eventuali segnali di fondo causati dalla soluzione calibrante.

NOTA Può essere necessario ottimizzare ulteriormente la pressione del nebulizzatore al fine di ottenere la massima sensibilità dallo strumento.

2 Caricare il metodo **MMCheckSL_ES.M**.

3 Modificare il metodo verificando che la soluzione al 65:35 di metanolo/acqua con lo 0,2% di acido acetico sia selezionata come solvente LC. Salvare il metodo. Ripetere per **MMCheckSL_CI.M** e **MMCheckSL_MX.M**.

NOTA Se lo strumento usato è un modello VL, sostituire i metodi **MMCheckVL_ES.M**, **MMCheckVL_CI.M** e **MMCheckVL_MX.M** ai metodi indicati nelle operazioni dei punti da 1 a 5.

4 Posizionare il vial nel campionatore automatico LC.

Posizione n. 21: vial con il campione demo ESI + APCI LC (codice G1978-85000)

5 Impostazione di una sequenza di metodi FIA multipli

a Da menu, selezionare **RunControl > Run Multiple FIA Methods...** (Controllo analisi > Metodi di analisi FIA multipli).

b Nella finestra di dialogo Run Multiple FIA Methods (Metodi di analisi FIA multipli), fare clic su **Group > Add Group** (Gruppo > Aggiungi gruppo). Immettere un nome univoco per la directory in cui si desidera memorizzare i file contenenti i dati.

c Nella finestra di dialogo Run Multiple FIA Methods (Metodi di analisi FIA multipli), fare clic su **Methods > Add Method** (Metodi > Aggiungi metodo). Selezionare **MMCheckSL_ES.M** e fare clic sul pulsante **OK**.

d Ripetere per aggiungere **MMCheckSL_CI.M**.

e Ripetere per aggiungere **MMCheckSL_MX.M**.

f Fare clic sul campo **Data File** (File di dati) per il file **MMCheckSL_ES.M**.

- Modificare il campo **Subdirectory** (Sottodirectory) immettendo un nome univoco per la sottodirectory in cui si desidera memorizzare i dati.
- Modificare il campo **Data File** (File di dati) immettendo **Multi_ES**.
- Modificare il campo **Operator** (Operatore) immettendo il nome o il codice identificativo degli utenti.
- Fare clic sul pulsante **OK**.

g Ripetere l'operazione per il file di dati **MMCheckSL_CI.M** utilizzando la stessa sottodirectory e immettendo **Multi_CI** come nome del file di dati.

h Ripetere l'operazione per il file di dati **MMCheckSL_MX.M** utilizzando la stessa sottodirectory e immettendo **Multi_MX** come nome del file di dati.

i Fare clic sul pulsante **Run** (Esegui) per avviare la sequenza

6 Esaminare i risultati. Al termine dell'ultimo metodo, viene stampato il report “Multimode Verification Report” come mostrato in “Esempio di report di verifica multimode” a pagina 58.

Esecuzione di una procedura di ottimizzazione automatica

L'ottimizzazione della sorgente multimode può essere eseguita solamente in modalità MM-APCI. La procedura di ottimizzazione automatica viene effettuata dallo stesso menu di tutte le altre sorgenti.

- Dalla visualizzazione **MSD Tune** (Ottimizzazione MSD), selezionare **Instrument > Autotune** (Strumento > Procedura di ottimizzazione automatica).

Il report di ottimizzazione conterrà un'intestazione con il titolo **MM-APCI Positive Mode - Standard Scan** (Modalità positiva MM-APCI - Scansione standard), oppure **MM-APCI Negative Mode - Standard Scan** (Modalità negativa MM-APCI - Scansione standard). Dopo una procedura di ottimizzazione automatica, è possibile eseguire l'ottimizzazione di controllo per verificare che lo strumento sia in grado di soddisfare i criteri di ottimizzazione. Prima di eseguire la procedura di ottimizzazione automatica, attendere almeno 8 ore che il sistema equilibri le condizioni di vuoto e temperatura.

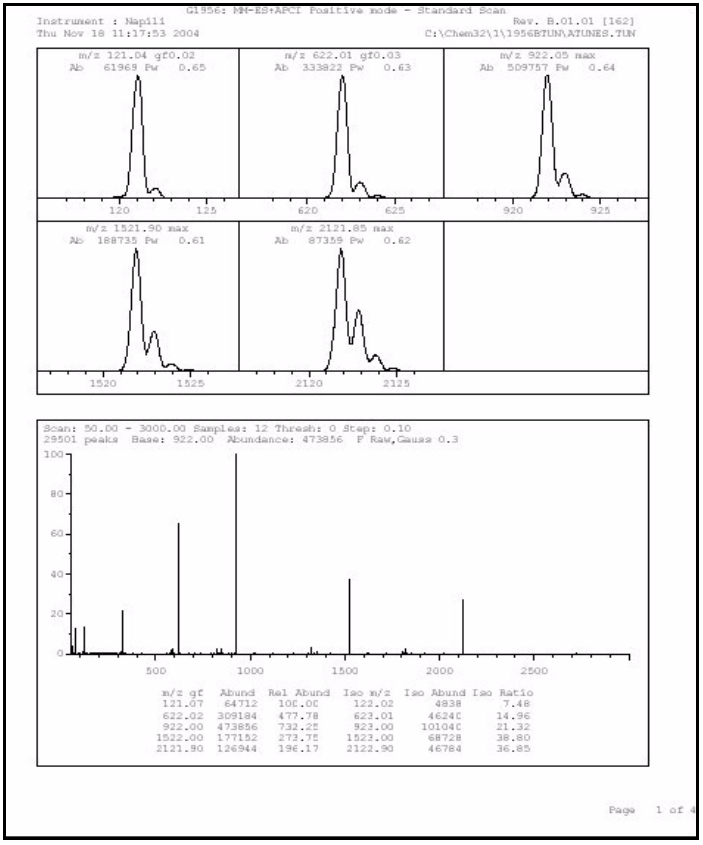


Figura 35 Report di ottimizzazione automatica

Esempio di report di verifica multimode

Multimode Ion Source Report

MSD type: G1956B Instrument name: Instrumen Operator name: pcormia

Acquisition date: 23-Feb-2005
Datafiles:
ESI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_ES.d
APCI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_CI.d
Mixed mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_MX.d

ESI Compound Results

Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal Violet	372.2	Positive	832925	541200	64.9 %	Pass
1-Hexanesulfonic acid	165.1	Negative	220506	181617	82.3 %	Pass

APCI Compound Results

Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive	623026	225911	36.2 %	Pass
9-Phenanthrol	193.1	Negative	451189	254201	56.3 %	Pass

Passing criteria: Mixed mode response 20% or greater of single-mode response.

3
Metodi

Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode 60
Creazione di un metodo per operazioni in modalità mista positiva/negativa 61
Creazione di un metodo per l'esecuzione alternata delle operazioni ESI e APCI 63

Questo capitolo descrive le attività che richiedono la configurazione di metodi per la sorgente multimode.

Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode

Per fare in modo che il metodi creato utilizzi una sorgente multimode, eseguire le seguenti operazioni:

1. Aprire la finestra di dialogo MSD Spray Chamber (Camera di nebulizzazione MSD) facendo clic su **Instrument > MSD Spray Chamber** (Strumento > Camera di nebulizzazione MSD) nella visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi).
2. Impostare **Method Spray Chamber** (Camera di nebulizzazione metodo) su **MM-ES+APCI**.
3. Verificare che **Installed Spray Chamber** (Camera di nebulizzazione installata) sia impostata su **MM-ES+APCI**.
4. Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.
5. Fare clic sul pulsante **OK**.
6. Aprire la finestra di dialogo Set up MSD Signals (Configurazione segnali MSD) facendo clic su **Instrument > More > Set up MSD Signals** (Strumento > Altro > Configurazione segnali MSD) nella visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi).
7. Scegliere la modalità di ionizzazione desiderata dall'elenco **Ionization** (Ionizzazione). Questo elenco è visibile solamente se Method Spray Chamber (Camera di nebulizzazione metodo) è impostato su **MM-ES+APCI**. Le modalità di ionizzazione selezionabili sono le seguenti:
   - **MM-ES**
   - **MM-APCI**
   - **MM-ES+APCI**
8. Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.
9. Fare clic sul pulsante **OK**.

ATTENZIONE **La valvola deviatrice del cromatografo liquido Single Quad LC/MS serie 6100 è parte integrante del sistema di sicurezza G1978B. Il flusso della fase mobile LC deve essere sempre collegato al filtro di ingresso della valvola deviatrice. Non bypassare mai la valvola deviatrice con una connessione diretta al nebulizzatore. Qualora la valvola deviatrice venga utilizzata diversamente da come specificato da Agilent Technologies, le protezioni fornite dalla valvola deviatrice possono subire danni, con conseguente pericolo di incendio del sistema.**

Creazione di un metodo per operazioni in modalità mista positiva/negativa

1. Aprire la finestra di dialogo MSD Spray Chamber (Camera di nebulizzazione MSD) facendo clic su **Instrument > Set Up MSD Signals** (Strumento > Configurazione segnali MSD) nella visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi).
2. Scegliere **MM-ES_APCI** dall'elenco a discesa **Method Spray Chamber** (Camera di nebulizzazione metodo).
3. Verificare che anche **Installed Spray Chamber** (Camera di nebulizzazione installata) sia impostata su **MM-ES+APCI**.
4. Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.
5. Fare clic sul pulsante **OK**.
6. Aprire la finestra di dialogo Set up MSD Signals (Configurazione segnali MSD) facendo clic su **Instrument > MSD Spray Chamber** (Strumento > Camera di nebulizzazione MSD) nella visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi).
7. Modificare le impostazioni in modo che Signal 1 (Segnale 1) abbia polarità **Positive** (positiva) e Signal 2 (Segnale 2) abbia polarità **Negative** (negativa), come mostrato nella Figura 36.
8. Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.
9. Fare clic sul pulsante **OK**.

Il rapido scambio delle polarità positiva/negativa è una tecnica molto utile, ma richiede tempo affinché la chimica ionica venga ristabilita e il percorso dell'ottica venga riempito di ioni. La densità del gas influisce sulla velocità con cui il percorso degli ioni viene riempito nuovamente. La densità del gas varia a seconda della temperatura della sorgente. Per utilizzare lo scambio di positivo/negativo durante l'analisi di un metodo, utilizzare una temperatura di vaporizzazione inferiore (da 150 a 200°C) e un minore valore di Vcap (circa 1000 V). Queste impostazioni hanno un grande effetto sulla qualità del risultato negli esperimenti di scambio di positivo/negativo.

Opzioni di polarità per Signal 1 (Segnale 1) e Signal 2 (Segnale 2)

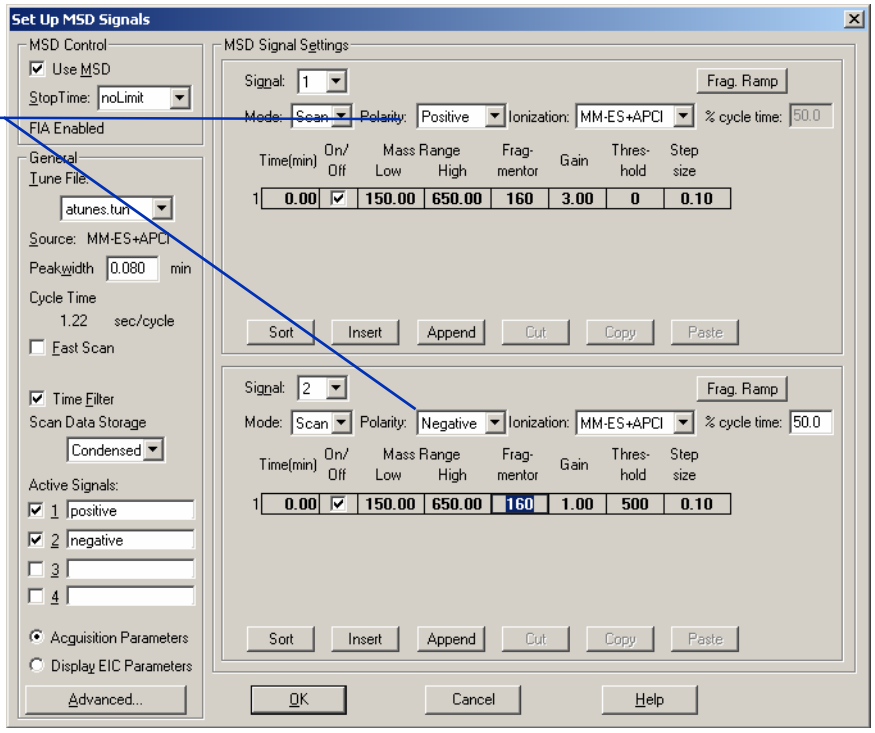


Figura 36 Scambio di polarità positiva/negativa nella finestra di dialogo Set Up MSD Signals (Configurazione segnali MSD)

Creazione di un metodo per l'esecuzione alternata delle operazioni ESI e APCI

1 Aprire la finestra di dialogo MSD Spray Chamber (Camera di nebulizzazione MSD) facendo clic su **Instrument > MSD Spray Chamber** (Strumento > Camera di nebulizzazione MSD) nella visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi).

2 Impostare **Method Spray Chamber** (Camera di nebulizzazione metodo) su **MM-ES+APCI**.

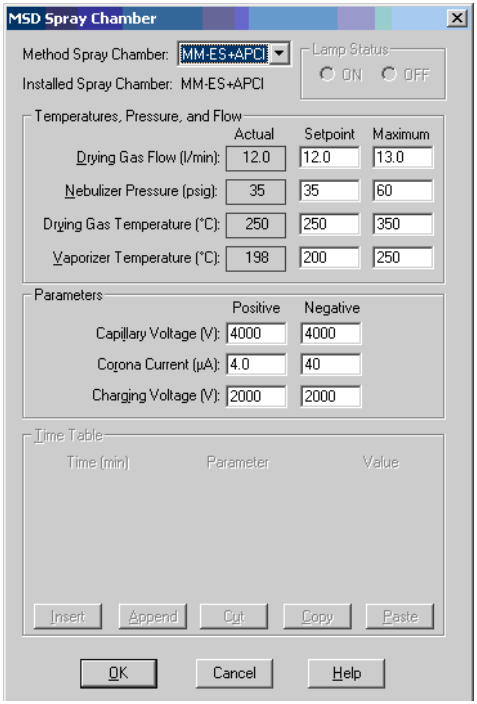


Figura 37 Method Spray Chamber (Camera di nebulizzazione metodo) impostata su MM-ES+APCI.

3 Verificare che anche **Installed Spray Chamber** (Camera di nebulizzazione installata) sia impostata su **MM-ES+APCI**.

4 Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.

5 Fare clic sul pulsante **OK**.

6 Aprire la finestra di dialogo Set up MSD Signals (Configurazione segnali MSD) facendo clic su **Instrument > Set Up MSD Signals** (Strumento > Configurazione segnali MSD) nella visualizzazione **Method and Run Control** (Metodo e controllo analisi).

7 Modificare le impostazioni in modo che Signal 1 (Segnale 1) abbia il valore di **Ionization** (Ionizzazione) **MM-ES** e Signal 2 (Segnale 2) abbia il valore di **Ionization** (Ionizzazione) **MM-APCI**, come mostrato nella Figura 38.

8 Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.

9 Fare clic sul pulsante **OK**.

NOTA

In generale, utilizzare la modalità di funzionamento mista (impostazione MM-ES+APCI con Signal 1) invece dell'esecuzione alternata della modalità di scambio MM-ES (Signal 1) e MM-APCI (Signal 2). In questo modo, durante l'eluizione di un picco cromatografico è possibile ottenere il doppio delle scansioni, senza bisogno di introdurre ritardi tra le scansioni o con migliori risultati a livello di dati. Raramente all'interno di una corsa cromatografica un composto risponde solamente in modalità ESI o APCI.

Modalità di ionizzazione per Signal 1 (Segnale 1) e Signal 2 (Segnale 2)

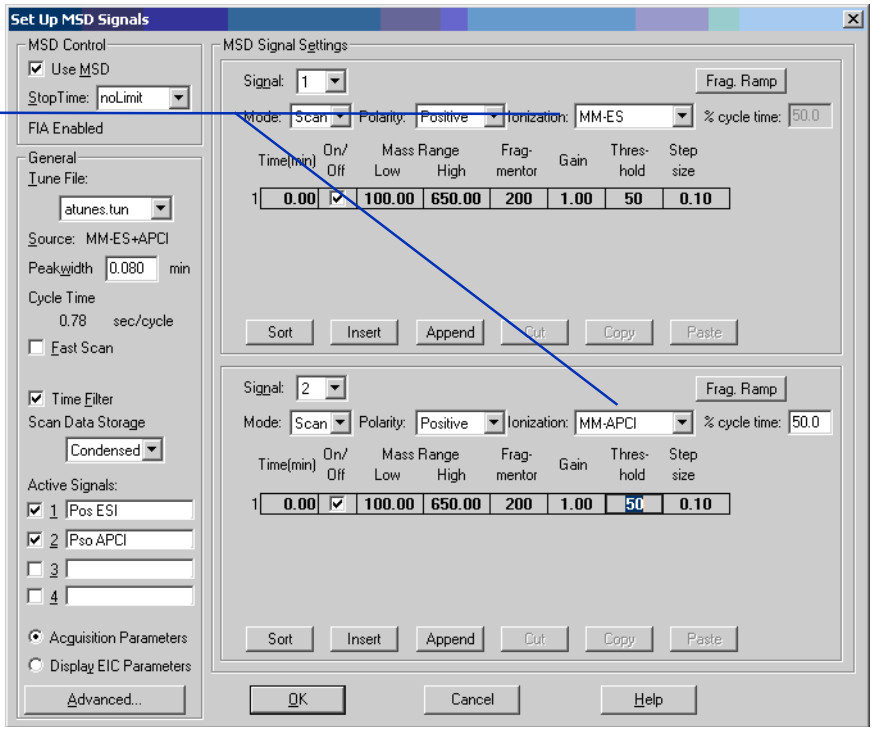


Figura 38 Scambio tra MM-ES e MM-APCI mediante la finestra di dialogo Set Up MSD Signals (Configurazione segnali MSD)

Indice analitico

C

conversione a ESI o APCI, 41
conversione da ESI, APCI o APPI, 23

E

ESI
  conversione, 23, 41

F

filtro di ingresso della valvola deviatrice, 29

I

installazione, 7
  aggiornamento del software tramite una patch, 16
  controllo revisioni scheda, 10
  preparazione, 9
  scambio sorgenti, 16
  sostituzione chip, 11
  verifica schede, 19
  verifica sensibilità della sorgente multimode, 22

M

metodo
  configurazione base, 60
  esecuzione alternata di ESI e APCI, 63
  modalità mista positiva/negativa, 61
miscela solventi, 44

P

parti
  schermo di nebulizzazione multimode, 25
preparazione campioni per valutazione sensibilità, 45
procedura di ottimizzazione automatica, 56

S

schermo di nebulizzazione per sorgente multimode, 25
sorgente multimode
  nebulizzatore, 28

T

Tubo campioni LC/MSD, 29

www.agilent.com

In questo volume

Questo volume contiene le istruzioni di installazione, impiego, manutenzione e risoluzione dei problemi per la Sorgente multimode per G1946/G1956 LC/MSD.

© Agilent Technologies 2008

Stampato negli Stati Uniti d'America
Prima edizione, dicembre 2008

G1978-94050

Agilent Technologies